粒径の大きなFe 試料の測定

LaboTexと周辺アプリケーション

LaboTexは測定された極点図データから機械的に結晶方位の体積率を計算します。 測定した極点図は正しいのか?

測定極点図は正しいのか?評価方法をツール群を用いて説明します。

アプリケーション

リガク正極点 リガクASCII変換 PFtoODF LaboTex

ツール群

DefocusCalc ValueODF InverseDisp Cluster CubicCODisp

今回検出された結晶方位

 $\{1\ 1\ 1\ \}\ \{-1\ -1\ 2>$ $\{0\ 0\ 1\ \}\ < 3\ 1\ 0>$ $\{2\ 3\ 3\ \}\ < 0\ 1\ -1>$



2008年05月27日

結晶粒径が大きく、配向が弱いFe試料の測定は難しい。

結晶粒径の確認

XRDによる粒径の確認は、ロッキングカーブで確認出来る。 測定条件は、回折強度の強い反射の周辺を θ scanを行えば、間接的に確認出来ます。 又、 γ 揺動を行うことで、粒径の影響を確認出来ます。以下に γ 揺動ありなしの比較を行う。 測定条件

×線条件 ターゲット ゴニオ 半径 DS Shulセスリット SS RS RS 測定軸 2 <i>8</i> 固定角度 測定間隔 測定スビード	50kV-300mA(line) Mo(Zrフィルタ) 285mm 1/3度 あり 1mm 1mm <i>8</i> 28.654度 0.05度 1度/分
MULAC Tr	115/))



測定試料はガラス試料板の上に張り付けて取り付ける。このようにすると、試料ホルダーより 小さい試料の測定が出来ます。



- 赤:揺動なし
- 青:20mm揺動あり

100 µ 弱の結晶粒径と思われる。

反射極点測定

結晶粒径が大きいので、γ揺動は必須

測定条件

×線条件	50kV = 300mA(line)
ジークット 	MO(ZrJ4)V9)
ゴニオ半径	285mm
DS	1/4度
Shultzスリット	あり
SS	7mm
RS	7mm
測定軸	β
測定間隔	5度
測定スピード	120度/分
Υ揺動	20mm
バックグランドRS	2mm
バックグランド	20度/分



バックグランドを差し引く前後のプロファイルを確認する事で、適性に測定が行われたか確認出来ます。 発散スリットが広すぎないか、受光スリットが広すぎないか、余分な散乱を測定していないかの確認 バックグランド削除あり、なし、でβ平均プロファイルで確認する。



バックグランドを削除しても、削除前と比較して大きな変化がない事がバックグランドの適正を示す 若干 {310}の動きが気になる。スリット7mmは広すぎる可能性がある。

Defocus補正 (DefocusCalcソフトウエアによる)

Defocus曲線は、測定20角度と測定受光スリット幅に大きく影響されます。

極点図	28角度	受光スリット
{110}	20.155	7mm
{200}	28.654	7mm
{211}	35.284	7mm
{310}	46.067	7mm

この測定条件のDefocus曲線を計算する。





{110} にDefocus補正を行う

r a wデータ



内部規格化



r a n d o m規格化で極点図の外側に影響



 $\{2\ 0\ 0\}$

r a wデータ



内部規格化







内部規格化





 $\{3\ 1\ 0\}$

r a wデータ



内部規格化





ARCIIへ変換後PFtoODFでフォーマット変換

StandardODF, TexTools, LaboTexで読み込めるテキストへ

🕌 PF to StandardODF by CTR PFtoODF 2.12DT 📃 🗖 🔀
File Option Symmetric Software Data
Lattice constant
Structure Code(Symmetries after Schoenfiles) 7 - O (cubic)
a 1.0 b 1.0 c 1.0 alfa 90.0 beta 90.0 gamm 90.0
PF Data SelectFile HKL 2Theta Alfa Select
ref110.TXT 110 0.0 0.0 V
ref200.TXT 200 0.0 0.0 V
ref211.TXT 211 0.0 0.0 V
ref310.TXT 310 0.0 0.0 V

LaboTexの場合、EPFファイルが作成される。

I labotex.epf - ワードパッド	
ファイル(E) 編集(E) 表示(V) 挿入(D) 書式(Q) ヘルプ(H)	
CommnetField	^
Staughtung Cada a la alfa hata nanna	
A 1.0 1.0 1.0 30.0 30.0 30.0	
2Theta alf-s alf-e d-alf bet-s bet-e d-bet index H.K.L.P/B	
0.0 0.0 75.0 5.0 0.0 355.0 5.0 0 2 0 0 1	
0.0 0.0 75.0 5.0 0.0 355.0 5.0 0 2 1 1 1	
0.0 0.0 75.0 5.0 0.0 355.0 5.0 0 3 1 0 1	
0.152326 0.094466 0.176702 0.172094 0.237533 0.267479 0.242251 0.157743	
0.172487 0.197453 0.366119 0.268964 0.197693 0.186531 0.105497 0.135180	
0.088175 0.127382 0.095143 0.156455 0.136731 0.302995 0.122621 0.185221	
0.527795 0.342005 0.120284 0.133061 0.130681 0.241640 0.240001 0.125439	
0.146385 0.164514 0.451653 0.194569 0.109319 0.171526 0.272197 0.323548	
0.387066 0.258240 0.141209 0.154139 0.162090 0.246991 0.206277 0.456874	
0.165235 0.165934 0.135552 0.115806 0.118951 0.217810 0.092019 0.099773	
0.126662 0.319071 0.121420 0.261734 0.604156 0.221020 0.130571 0.106261	
0.186466 0.181551 0.281152 0.178297 0.111853 0.133651 0.257956 0.389490	
0.347391 0.169376 0.400315 0.183858 0.242045 0.279287 0.144913 0.214197	

LaboTex 読み込まれたデータ



1



逆極点図



試料面に、{111}、{001}が存在している事が分かる。



Euler角度10度半価幅の場合

No	Texture Component	On	Distribution	<mark>гүнм </mark>	г₩нмФ	FWHM 🖗	Volume Fraction		
1	{111};112>	- 1	Gauss 💌	10.0	10.0	10.0	26 🗧	3%	
2	{001}<310>	- 17	Gauss 💌	10.0	10.0	10.0	20 🕂	3 %	
3	{001}<210>	- 12	Gauss 💌	10.0	10.0	10.0	11 🗧	3 %	
4	{233}<01-1>	- 12	Gauss 💌	10.0	10.0	10.0	10 🗧	3%	
5	{001}<100>	- 1	Gauss 💌	10.0	10.0	10.0	8 🕂	3 %	
6	{013}<100>	- 1	Gauss 💌	10.0	10.0	10.0	8 🕂	3%	
7	{323}<1-31>	- 17	Gauss 💌	10.0	10.0	10.0	6	3 %	
8	{001}<110>	- 1	Gauss 💌	10.0	10.0	10.0	2	3 %	
9	{111}01-1>	- 1	Gauss 💌	10.0	10.0	10.0	2	3%	
10	{112}140>	–	Gauss 💌	10.0	10.0	10.0	2 -	3%	
I I Line	Max. Linearity Drientation Set Set from Database (sort by Save Current Set Background 5 %								

半価幅をフィッティングした場合

No	I	Texture Comp	ionent	On	Distribu	tion	ENHM 🖗	г₩нмФ	FWHM 🖗	Volum Fracti	ne on	
1	{ 1	118-1-12>	·	\mathbb{N}	Gauss	-	20.7	20.3	20.5	25	*	%
2	{ 0	01}310>	-	\mathbb{N}	Gauss	-	19.9	21.6	20.4	15	- A-	%
3	{ 0	018210>	·	$\overline{\mathbb{M}}$	Gauss	$\overline{\mathbf{v}}$	19.7	21.2	20.6	2	- A-	%
4	{ 2	33801-1>	·	\mathbb{N}	Gauss	-	20.3	20.1	19.7	9	- A-	%
5	{ 0	01}(100)	·	\mathbb{N}	Gauss	\neg	20.7	20.5	20.4	2	- A-	%
6	{ 0	138100>		$\overline{\mathbf{v}}$	Gauss	-	20.8	20.2	21.5	7	- A-	%
7	{ 3	2381-31>	-	$\overline{\mathbf{v}}$	Gauss	-	20.2	20.1	20.5	4	- A-	%
8	{ 0	018110>	·	\mathbb{N}	Gauss	-	20.0	20.4	20.1	1	- A-	%
9	{ 1	11201-12		$\overline{\mathbf{v}}$	Gauss	-	20.3	20.4	20.4	3	- A-	%
10	{ 1	1281-10>		$\overline{ } \forall$	Gauss	-	20.3	20.2	20.1	3	- A-	%
Ine I	Max. Saritu	Orientation Set	Set from Databa	se (so	ort by 💌		ave Curren	t Set	ackground	29		%

右側は上記体積率から再計算したODF





 $\{1\ 1\ 1\ 1\}\ <-1-1\ 2>$





 $\{ \ 0 \ 0 \ 1 \ \} \ < 3 \ 1 \ 0 >$





$\{\,2\,\,3\,\,3\,\} < 0\,\,1-1>$



ODF入力極点図と再計算極点図の比較(ValueODF)



{310} 極点図の極点図外側が強すぎる。

{310} を75度から60度に変更すると



その時の定量値は

No	o Texture Compo	onent	On	Distribut	ion	FYHM 🍘	<mark>ғ₩нм</mark> Ф	FWHM 🌮	Volum Fractio	e In	
1	{1 11}<-1 -1 2>	v		Gauss	-	10.0	10.0	10.0	24	4 7	%
2	{001}310>	v	\square	Gauss	-	10.0	10.0	10.0	19	4 7	%
3	{013}<100>	_	\mathbb{Z}	Gauss	-	10.0	10.0	10.0	11	4 7	%
4	{001}<210>	v	\mathbb{Z}	Gauss	-	10.0	10.0	10.0	10	*	%
5	{233}<01-1>	v	\square	Gauss	-	10.0	10.0	10.0	10	*	%
6	{001}<100>	*	$\mathbf{\nabla}$	Gauss	-	10.0	10.0	10.0	8	* *	%
7	{323}<1-31>	v	\mathbb{Z}	Gauss	-	10.0	10.0	10.0	6	4 7	%
8	{001}<10>	T	\mathbb{Z}	Gauss	-	10.0	10.0	10.0	3	* *	%
9	{1 1 2} 1 -1 0>	-		Gauss	-	10.0	10.0	10.0	2	* *	%
10	{1 1 1 } 0 1 - 1 >	-	\square	Gauss	-	10.0	10.0	10.0	2	*	%
							. D.		5	_	
I Lin	Max. Orientation Set	Set from Databa	se (si	ort by 💌		Save Curren	it Set	ackyrounu]]		%
I in No	Max. earitu Texture Compo	Set from Databa	se (si On	ort by 💌 Distributio	n	Gave Curren	t Set	WHM P2	Volume Fraction		%
l in No	Max. earitu Orientation Set Texture Compor	Set from Databa	se (si On IV	ort by 🖵 Distributio	n T	Gave Curren F¥HM ෛ 🛛 20.3	it Set P F YHM (P 20.0	20.0	Volume Fraction	3	%
I in No 1 2	Max. exrite Orientation Set Texture Compor { 1 1 1 > -1 -1 2 > } { 0 0 1 > 3 1 0 >	Set from Databa	se (si On IZ IZ	ort by 🖵 Distributio Gauss Gauss))n 	Заve Curren F¥HM (<mark>4)</mark> 20.3 19.9	t Set	20.0	Volume Fraction 24	3%	~
I in No	Max. earity Orientation Set Texture Compon { 1 1 1 }< -1 -1 2> { 0 0 1 }< 3 1 0> { 0 1 3 < 1 0 0>	Set from Databas	se (so On [1] [1] [2] [2] [2] [2]	ort by Distributio Gauss Gauss	n F	ave Curren F ¥HM (4) 20.3 19.9 20.9	t Set	20.0 20.1 20.1	Volume Fraction 24	% % %	%
↓ I in No 1 2 3 4	Max. exitu Orientation Set Texture Compon { 1 1 1 - 1 - 1 2 > { 0 0 1 - 3 1 0 > { 0 1 3 - 1 0 0 > { 0 1 3 - 2 1 0 > }	Set from Databas	se (so On []] []	ort by Distribution Gauss Gauss Gauss Gauss		Save Curren FWHM (%) 20.3 19.9 20.9 20.0	tSet Состания 20.0 Состания 21.5 Состания 20.0 Состания 20.0 Состания	20.0 20.1 20.1 20.1	Volume Fraction 24 16 11 1		%
↓ I in No 1 2 3 4 5	Max. exitiv Orientation Set Texture Compor { 1 1 1 - 1 - 1 2 > { 0 0 1 - 3 1 0 > { 0 1 3 - 1 0 0 > { 0 0 1 - 2 1 0 > { 2 3 3 - 0 1 - 1 > }	Set from Databas	se (se On 이 및 및 이 및 및 이 및 및 이 및 및 이 및 및 이 및 및 및 및	ort by Distribution Gauss Gauss Gauss Gauss Gauss		Bave Curren FWHM P4 20.3 19.9 20.9 20.0 20.1	t Set Boo 20.0 1 21.5 2 20.0 2 20.0 2 20.0 2 20.0 2	20.0 20.1 20.1 20.1 20.0 20.0	Volume Fraction 24 4 16 4 11 4 1 4 9 4		%
↓ Iin No 1 2 3 4 5 6	Max. earity Orientation Set Texture Compon { 1 1 1 :-1 -1 2> { 0 0 1 :-3 1 0> { 0 1 3 :-1 0 0> { 0 1 3 :-1 0 0> { 0 0 1 :-1 0> { 2 3 3 :-0 1 -1 > { 0 0 1 :-1 0 0> }	Set from Databas	지지지지 U 	ort by v Distributio Gauss Gauss Gauss Gauss Gauss		Bave Curren FWHM (%) 20.3 19.9 20.3 20.9 20.0 20.0 20.1	t Set Boots 20.0 1 21.5 2 20.0 2 20.0 2 20.0 2 20.0 2 20.0 2 20.0 2 20.0 2 20.0 2 20.0 2	20.0 20.1 20.1 20.1 20.0 20.0 20.0	Volume Fraction 24 4 16 4 11 4 1 4 9 4 2 4		~
Lin No 1 2 3 4 5 6 7	Max. exitu Crientation Set Texture Component { 1 1 1 - 1 - 1 2 > { 0 0 1 - 3 1 0 > { 0 1 3 - 1 0 0 > { 0 0 1 - 2 1 0 > { 2 3 3 - 0 1 - 1 > { 0 0 1 - 2 1 0 > { 2 3 3 - 0 1 - 1 > { 3 2 3 - 1 - 3 1 > }	Set from Databas	80 00 00 00 00 00 00 00 00 00 00 00 00 0	ort by v Distributic Gauss Gauss Gauss Gauss Gauss Gauss		Bave Curren FWHM (%) I 20.3 I 19.9 I 20.9 I 20.0 I 20.1 I 20.1 I 20.1 I	t Set Bootstand 20.0 1 20.0 2 20.0 2 20.0 2 20.0 2 20.0 2 20.0 2 20.0 2 20.0 2 20.0 2 20.0 2 20.0 2 20.0 2	WHM (%) 20.0 20.1 20.0 20.1 20.0 20.1 20.0 20.1 20.0 20.1 20.0 20.1 20.1 20.1 20.0	Volume Fraction 24 4 16 1 11 1 9 4 2 4 2 4 1 6 4		~
↓ In No 1 2 3 4 5 6 7 8	Max. exitiv Orientation Set Texture Compor { 1 1 1 -1 -1 2 > { 0 0 11 -1 2 > { 0 0 1 -1 -1 1 2 > } 0 -1 -1 -1 2 > } 0 -1 -1 -1 -1 2 > } 0 -1 -1 -1 -1 -1 2 > } 0 -1 -1 -1 -1 -1 -1 -1 -1 -1 -1 -1 -1 -1	Set from Databas	se (se On 이 및 지 지 지 이 지 지 지 지 이 지 지 지 지 지 이 지 지 지 지 지	ort by v Distribution Gauss Gauss Gaus Gau		Bave Curren FWHM PA I 20.3 I 19.9 I 20.3 I 20.3 I 20.3 I 20.3 I 20.3 I 20.1 I 20.1 I 20.1 I 20.0 I	t Set Book 20.0 1 20.0 2 20.0 2 20.0 2 20.0 2 20.0 2 20.0 2 20.0 2 20.0 2 20.0 2 20.0 2 20.0 2 20.0 2 20.0 2 20.0 2	WHM %2 20.0 20.1 20.0 <	Volume Fraction 24 11 14 14 14 11 14 14 14 9 14 14 1 14 1		~
▶ In 1 2 3 4 5 6 7 8 9	Max. earity Orientation Set Texture Comport { 1 1 -1 -1 2 { 0 0 1 3 1 0 { 0 1 3 1 0 > { 0 1 3 1 0 > { 0 1 3 1 0 > { 0 1 3 1 0 > { 0 1 2 3 0 1 > { 0 0 1 1 0 > 3 3 > { 0 0 1 1 1 >	Set from Databas	지 지 지 지 지 지 지 U 	ort by Distribution Gauss Gauss Gauss Gauss Gauss Gauss Gauss Gauss Gauss Gauss		Bave Curren FWHM (%) 20.3 19.9 20.9 20.0 20.1 20.1 20.1 20.1 20.1 20.1 20.1 20.1 20.1 20.1 20.1 20.1 20.1	EWHM I 20.0 I 21.5 I 20.0 I	WHM (%) 20.0 [20.1 [20.0 [20.1 [20.0 [20.1 [20.1 [20.0 [20.0 [20.0 [20.0 [20.0 [20.0 [20.0 [20.0 [Volume Fraction 24 4 16 4 11 1 9 11 1 9 11 1 2 4 6 4 1 1 1 1 2 1 1		~

 Max.
 Orientation Set
 Set from Database (sort by)
 Save Current Set
 Background
 25

%

{310}をすべて外した場合



No	Tex	ture Compo	nent	On	Distribu	tion	<mark>гунм 1</mark> 24	F₩НМФ	FYHM 🖗	Volum Fractio	e on	
1	{111}	:-1 -1 2>	-	\mathbb{N}	Gauss	-	10.0	10.0	10.0	22	* *	%
2	{001}	310>	_	\mathbb{N}	Gauss	-	10.0	10.0	10.0	19	- A-	%
3	{111}	:0.1.1>	-	$\overline{\mathbb{M}}$	Gauss	-	10.0	10.0	10.0	15	* *	%
4	{233}	:0.1-1>	-	\mathbb{N}	Gauss	-	10.0	10.0	10.0	10	- A-	%
5	{001}	:210>	-	\mathbb{N}	Gauss	-	10.0	10.0	10.0	9	- A-	%
6	{013}	:1 0 0>	~	\mathbb{N}	Gauss	\neg	10.0	10.0	10.0	6	- A-	%
7	{001}	:1 0 0>	-	$\overline{\mathbb{M}}$	Gauss	-	10.0	10.0	10.0	6	* *	%
8	{323}	:1-31>	-	\mathbb{N}	Gauss	-	10.0	10.0	10.0	6	- A-	%
9	{112}	:1-1-0>	~	\mathbb{Z}	Gauss	-	10.0	10.0	10.0	2	- A-	%
10	{001}	:1 1 0>	~		Gauss	-	10.0	10.0	10.0	10	- A-	%
	Max. Orien	tation Set	Set from Databa:	se ísr	nt hu 💂	1	Save Curren	ESet B	ackground	5		%

No	Texture Compo	nent	On	Distribution	FYHM 🖗	г₩нмФ	FWHM 🖗	Volum Fractio	ie on
1	{1.11}<1.12>	-		Gauss 👻	20.1	20.0	20.0	22	2
2	{001}<310>	_	$\overline{ \mathscr{C} }$	Gauss 💌	20.0	21.8	20.1	16	2
3	{1 1 1 } 0 1 -1>	-	$\overline{ { } \! \! \! \! \! \! \! \! \! \! \! \! \! \! \! \! \! \!$	Gauss 💌	20.2	20.0	20.0	15	2
4	{233}<01-1>	-	$\overline{\mathbb{M}}$	Gauss 👻	20.1	20.0	20.0	7	2
5	{001}<210>	_		Gauss 👻	20.0	20.0	20.0	0	2
6	{013}<100>	_	$\overline{ \mathscr{D} }$	Gauss 💌	20.1	20.0	20.0	5	2
7	{001}<100>	-	$\overline{\mathbb{M}}$	Gauss 👻	20.1	20.1	20.1	2	2
8	{323}<1-31>	_	$\overline{\mathbb{M}}$	Gauss 💌	20.0	20.0	20.0	6	2
9	{1 1 2}< 1 -1 0>	_	$\overline{ \cdot }$	Gauss 💌	20.0	20.0	20.0	4	2
10	{001}<10>	-	Γ	Gauss 💌	10.0	10.0	10.0	10	2
	Max. Orientation Set	Set from Databas	e (so	ort by 💌 🗄	Save Curren	t Set Ba	ckground	23	2

ValueODFで評価し、LaboTexの入力データを変更しないで、LaboTexのソフト内で 再評価が行えます。

更に結果がどの程度違うかは、InverseDispソフトウエアで比較する事が出来ます。 すべての極点図を使った場合



{310}の0->75度を0->60とした場合



{310} を全て外した場合



ClusterアプリケーションでND-RDプロファイルを比較する

相関係数0.99で一致する。



最大強度では

使用した極点図	逆極点図NDの最大強度	最大強度出現の位置
極点図4面で計算	1.71	30.0,45.0
{310}を0->75を0->60に制限	1.69	15.0,0.0
{310}を使わない場合	1.80	30.0,45.0

でほとんど同じ結果である。